

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-369833

(43)Date of publication of application : 22.12.1992

(51)Int.Cl.

H01L 21/205
// H01L 21/223

(21)Application number : 03-146101

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO
LTD

(22)Date of filing : 18.06.1991

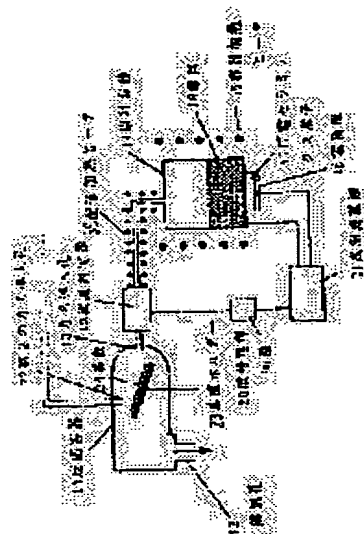
(72)Inventor : KITAGAWA MASATOSHI
SHIBUYA MUNEHIRO
KAMATA TAKESHI
HIRAO TAKASHI

(54) THIN FILM MANUFACTURING METHOD AND DEVICE

(57)Abstract:

PURPOSE: To control the flow rate of a gasified gas for stabilizing the thin film formation by a method wherein, during the chemical deposition process such as CVD, etc., using a liquid or solid material, an ultrasonic oscillator is provided on the outer wall of a vessel containing the material so as to control the power supplied for the oscillator.

CONSTITUTION: Within the title thin film manufacturing device, the space between a metallic, e.g. stainless steel etc., container 14 and an electrode plate 18 is impressed with a voltage using an ultrasonic generating piezoelectric ceramic element 17 so that the ultrasonic wave may be propagated in the stainless steel container thereby enabling the flow rate of the gas produced in a flow rate measuring instrument 19 and led into a reaction vessel 11 to be directly measured while the measured values as control signal power through an amplifier circuit 20 may be supplied for an ultrasonic oscillator so as to be adjusted to the set up flow rate thereby enabling the flow rate to be precisely controlled.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(11)特許出願公開番号

(43)公開日 平成4年(1992)12月22日

技術表示箇所

G 9278-4M

[最終頁に続く](#)

[illegible]

【特許請求の範囲】

【請求項1】 液体または固体原料をガス化し、このガスにエネルギーを加えて分解しつつ化学気相堆積させて薄膜を製造する方法において、前記原料を収納している容器外壁に超音波振動子を設置し、前記原料の分子が吸収し得る波長の超音波振動を与え、前記振動子に与える電力を調整することにより、前記ガス化した気体の流量を制御することを特徴とする薄膜製造方法。

【請求項2】 液体または固体原料容器に超音波を印加すると同時に、加熱を行ないガス化した気体の流量を制御する請求項1に記載の薄膜製造方法。

【請求項3】 液体または固体原料をガス化し、このガスにエネルギーを加えて分解しつつ化学気相堆積させて薄膜を製造する装置において、前記原料を収納している容器外壁に、原料をガス化するための超音波振動子を設置するとともに、前記ガス化する気体の流量を制御するための振動子に与える電力調整手段を備えたことを特徴とする薄膜製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、液体や固体を気化させた原料ガスを用いプラズマCVD（化学気相堆積）、熱CVD、光CVD等の化学気相成長法による薄膜製造方法及び薄膜製造装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、液体原料や固体原料を用い例えばプラズマCVD等で薄膜形成に使用されるような場合、そのガス供給装置構成は、一般に図3に示すような構成を有する。図3において、31が熱・プラズマ・光等のエネルギーによる原料ガスの分解による化学気相薄膜成長のための反応容器で、一般に排気孔32より真空中に排気される。33は液体原料や固体原料の容器で、38の加熱用ヒータにより容器並びに原料34を昇温し気化せしめる。例えば、酸化タンタル薄膜を形成する場合には、 $TaCl_5$ 、 TaF_5 等の固体や、 $Ta(OC_2H_5)_5$ 、 $Ta(OCH_3)_5$ 等の液体原料を容器中に入れておけばよい。その蒸気を真空チャンパー内に直接導入するか、 $Ar \cdot He$ 等の不活性なキャリアガスでパブリングを行ない反応ガスとして用いる。35はキャリアガスの容器で、配管を通じて液体もしくは加熱によって液化した中へ導入され、パブリングにより気化を促進させる。36の流量制御装置によるキャリアガスの流量調節と原料容器加熱の設定により、反応容器31への原料の導入量を制御していた。37はガス導入孔で、気化させた原料ガスは配管加熱ヒータ39で保温され、第2のガス導入孔38から O_2 、 N_2 、 O 等の酸化用ガスが導入される。これらのガスがプラズマ分解されて薄膜として基板ホルダー40上の基板41に堆積形成される。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、このよ

うな従来の装置構成では、流量制御を行なおうとしても原料ガスが加熱されているため、マスフローコントローラで直接原料ガスを制御できず、キャリアガスの流量調節と原料容器加熱の設定により、反応炉への原料の導入量を制御していた。そのため気化器（液体容器）の形状や容量・原料残量によって流量が変化してしまい、成膜に再現性がなかった。結果的に超LSIのキャパシタ形成プロセスには実用化が難しい状態であった。また大面積基板を処理する要求から、反応容器の大型化やプラズマ電極の大口径化から反応領域に均等に気化した原料ガスを供給させる必要があった。そのためには、十分な気化を必要とし、原料容器や配管系の加熱温度をさらに高温化する必要が生じ流量制御がさらに難しくなり、生産装置における実用化を妨げていた。

【0004】 本発明は、前記従来技術の課題を解決するため、原料ガスの流量を正確に制御し、堆積毎の膜厚分布を向上させることを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 前記目的を達成するため、本発明の薄膜製造方法は、液体または固体原料をガス化し、このガスにエネルギーを加えて分解しつつ化学気相堆積させて薄膜を製造する方法において、前記原料を収納している容器外壁に超音波振動子を設置し、前記原料の分子が吸収し得る波長の超音波振動を与え、前記振動子に与える電力を調整することにより、前記ガス化した気体の流量を制御することを特徴とする。

【0006】 前記構成においては、液体または固体原料容器に超音波を印加すると同時に、加熱を行ないガス化した気体の流量を制御することが好ましい。また本発明の薄膜製造装置は、液体または固体原料をガス化し、このガスにエネルギーを加えて分解しつつ化学気相堆積させて薄膜を製造する装置において、前記原料を収納している容器外壁に、原料をガス化するための超音波振動子を設置するとともに、前記ガス化する気体の流量を制御するための振動子に与える電力調整手段を備えたことを特徴とする。

【0007】

【作用】 本発明の作用は、次のようなものである。まず薄膜堆積に用いられる液体もしくは固体原料の気化もしくは液化を介し、さらに気化したガスの化学気相成長過程による薄膜の堆積工程において、液体原料容器または液化原料容器を超音波で励振させことによって原料ガスの温度を高温に昇温する事なく気化させることが可能である。その結果、原料ガスを安定に流量測定でき、さらに超音波振動子に供給する電力を制御する事により迅速に制御可能とするものである。結果的に良質な薄膜を制御性良く、大面積にかつ安定に形成する方法を実現する作用をもつものである。

【0008】

【実施例】 本発明では従来の原料の加熱気化のみ利用し

た薄膜形成装置または方法とは異なり、化学気相成長過程による薄膜の堆積工程において薄膜堆積に用いられる液体もしくは固体原料の液化を介した液体を、その容器に超音波振動子を設置し、いわゆる超音波で励振させることにより、原料液体もしくは固体原料を液化させた液体の液面において気化を低温で行ない、さらにその気化の量を超音波振動子へ供給する電力を調節することにより制御性良く流量調整するものである。結果的に良質な薄膜を制御性良く、大面積にかつ安定に形成するための装置構成と形成方法を提供するものである。

【0009】本発明においては、液体ガス化容器と薄膜形成用容器間のガス導入管に電気的流量測定器を配し、流量が設定流量に合わせ一定となるよう超音波振動子の出力を制御するための電気的帰還回路を有し、任意の流量に制御し得るようにすることが好ましい。

【0010】また本発明においては、前記液体容器に印加する超音波の周波数として10kHz~1MHzの超音波振動を与えることが好ましい。以下図面に基づき、本発明の代表的な一実施例を示す。

【0011】図1は本発明で使用される液体原料ガス化装置およびそれを用いたガス供給装置と薄膜形成システム構成の概略図である。図1において、11は薄膜形成を行なうための反応容器で、排気孔12より真空中に排気可能な構造を有している。13は第1のガス導入孔で、本発明の原料供給装置から気化させられた原料ガスを導入出来るようになっている。14は液体原料や固体原料の容器で、15の加熱用ヒータにより容器並びに原料16を直接は気化させず、流量検出器が検出可能な範囲まで昇温する。例えば、酸化タンタル薄膜を形成する場合には、原料16として $TaCl_5$ 、 TaF_5 等の固体を液化する程度の、例えば130℃~150℃の温度まで、 $Ta(OC_2H_5)_5$ 、 $Ta(OCH_3)_5$ 等の液体原料の場合は、気化しないが流量検出可能な温度範囲の150℃程度まで昇温しておけば良い。17は原料容器に超音波振動を伝えるための超音波発生のための圧電セラミック素子で、原料容器14をステンレス等の金属容器としておき、図1のように電極を介し容器と固定する。ステンレス等の原料容器14と電極板18との間に電圧を印加することにより超音波が発生し、ステンレス容器に超音波が伝搬される。電極に与える電力を調節する事により、発生する超音波の出力は変化し、それによって液体が気化する量が制御可能である。19は流量検出器であり、原料容器から発生したガスの反応容器に導入される流量を直接測定可能である。その測定値を20の増幅回路を通し制御信号として高周波電源21を通じ超音波振動子へ電力を与え、設定流量となるよう電力調整可能にしておくことにより正確な流量制御が可能となる。22は N_2 、 O_2 等やそれらの混合ガス等のガスが導入される第2のガス導入孔であり、 Ta 原料ガスと反応室で混合され、各種の分解反応により基板ホルダー

23上の基板24薄膜が形成される。

【0012】なお、本実施例では酸化タンタルのための装置構成について述べたが、他の液体原料・液化した固体原料を使用する薄膜形成のための原料ガス化装置としても同様の効果が得られることは言うまでもない。

【0013】前記本実施例の効果は次のようなものである。図2に、原料容器の加熱ヒータ温度を130℃とし、従来法としてキャリアガス He を用い、パブリングによる原料ガスの供給により酸化タンタル薄膜を形成した時と、パブリングを行わず直接原料ガスを測定し制御しつつ行なった本発明による酸化タンタル薄膜を形成した時、複数回異なる基板に同一条件で堆積を行なった場合の膜厚分布の比較を示す。横軸は堆積回数、縦軸は初回堆積膜厚で規格化した膜厚値を示している。この図2から明らかなように、本発明によると堆積毎の膜厚分布の向上が著しい。

【0014】

【発明の効果】以上説明した通り、本発明によれば、薄膜堆積に用いられる液体もしくは固体原料の気化もしくは液化原料を収納している容器外壁に超音波振動子を設置し、前記液体原料の分子が吸収し得る波長の超音波振動を与え、前記振動子に与える電力を調整することにより、原料ガスの温度を高温に昇温することなく気化させることが可能である。その結果、原料ガスを安定に流量測定でき、さらに超音波振動子に供給する電力を制御することにより迅速に制御可能とするものである。結果的に良質な薄膜を制御性良く、大面積にかつ安定に形成する方法を実現できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例の液体原料ガス化装置を用いたガス供給装置概略図である。

【図2】本発明の一実施例の効果を示すために、従来法による酸化タンタル薄膜を形成した時と本発明による酸化タンタル薄膜を形成した時の、堆積回数による膜厚変化分布の比較を示す図である。

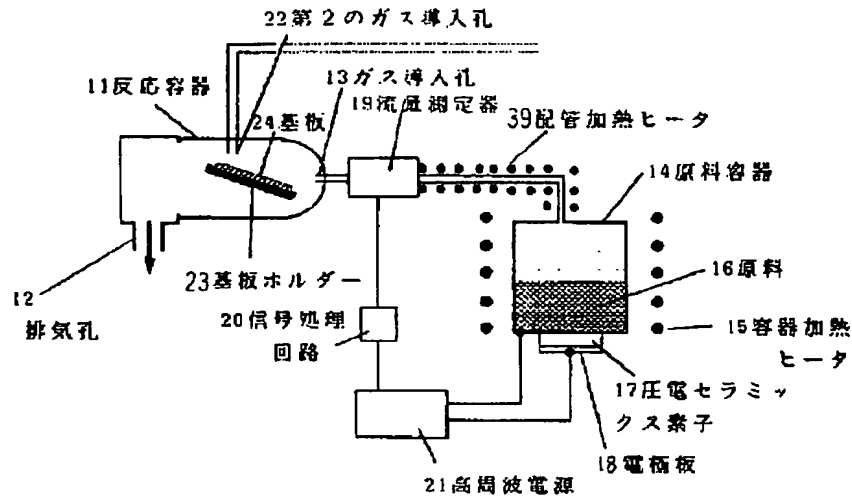
【図3】従来の薄膜装置外略図である。

【符号の説明】

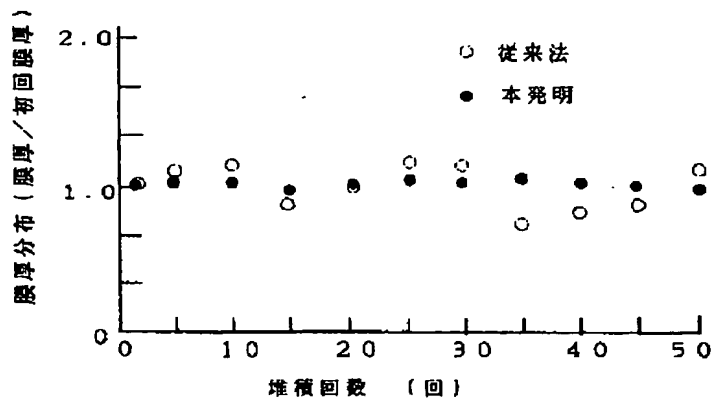
- 11 真空チャンパー
- 12 排気孔
- 13 第1のガス導入孔
- 14 原料容器
- 15 加熱ヒータ
- 16 原料
- 17 圧電セラミックス素子
- 18 電極板
- 19 流量測定器
- 20 増幅回路
- 21 高周波電源
- 22 第2のガス導入孔
- 23 基板ホルダー

24 基板

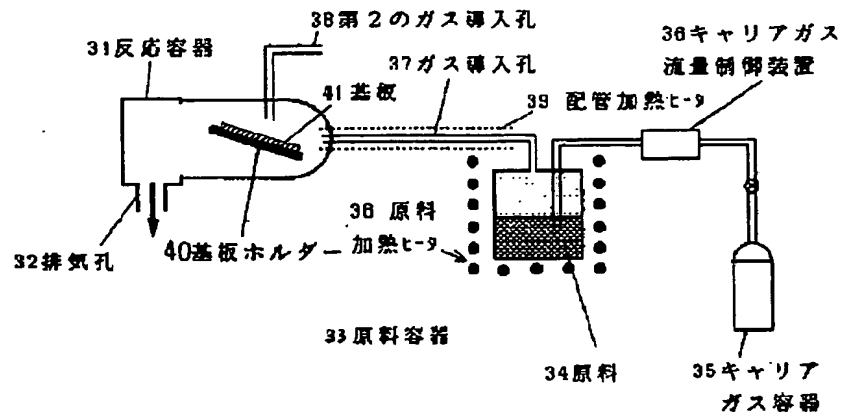
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 平尾 孝
大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内